

Rec'd PCT/PTO 13 MAY 2005

10/534845

PCT/FR03/03379

#2



MAILED 26 JAN 2004
WIPO PCT

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 19 NOV. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS
CONFORMÉMENT À LA
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

ETABLISSEMENT PUBLIC NATIONAL CREE PAR LA LOI N° 51-444 DU 19 AVRIL 1951



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

1er dépôt

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354*03



DB 540 V : 210302

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

page 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

REMISE DES PIÈCES		Réservez à l'INPI	<input checked="" type="checkbox"/> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE	
DATE	15 NOV 2002		Cabinet REGIMBEAU 20, rue de Chazelles 75847 PARIS CEDEX 17 FRANCE	
LIEU	75 INPI PARIS			
N° D'ENREGISTREMENT	0214305			
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	15 NOV. 2002			
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE				
PAR L'INPI				
Vos références pour ce dossier (facultatif)		239370 D19730 EMP		
Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie		
<input checked="" type="checkbox"/> NATURE DE LA DEMANDE		<input checked="" type="checkbox"/> Cochez l'une des 4 cases suivantes		
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>		
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>		
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	Date	<input type="text"/>
Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale		<input type="checkbox"/>	Date	<input type="text"/>
Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale		<input type="checkbox"/>	Date	<input type="text"/>
<input checked="" type="checkbox"/> TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)				
PROCEDE DE FABRICATION D'UN ARTICLE EN CÉRAMIQUE PAR COULAGE SOUS PRESSION.				
<input checked="" type="checkbox"/> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° Pays ou organisation Date <input type="text"/> N° <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
<input checked="" type="checkbox"/> DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique		
Nom ou dénomination sociale		CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) ETABLISSEMENT PUBLIC A CARACTÈRE SCIENTIFIQUE ET TECHNO...		
Prénoms				
Forme juridique				
N° SIREN		304981310		
Code APE-NAF				
Domicile ou siège	Rue	3, rue Michel Ange, 75016 PARIS		
	Code postal et ville			
Pays		FRANCE Française		
Nationalité		N° de télécopie (facultatif)		
N° de téléphone (facultatif)				
Adresse électronique (facultatif)				
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»				

Remplir impérativement la 2^{me} page



1er dépôt

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉREQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 2/2

BR2

RÉGISE DES PIÈCES	
DATE	15 NOV 2002
LIEU	75 INPI PARIS
N° D'ENREGISTREMENT	0214305
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	

DD 5/9 W / 2002

6 MANDATAIRE (hypothèse)		
Nom		
Prénom		
Cabinet ou Société		
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	239370 EMP
	Code postal et ville	20, rue de Chazelles 75847 PARIS CEDEX 17
	Pays	
N° de téléphone (facultatif)		
N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)		
7 INVENTEUR (S)		
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		
<input type="checkbox"/> Oui		
<input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)		
8 RAPPORT DE RECHERCHE		
Etablissement immédiat ou établissement différé		
<input checked="" type="checkbox"/>		
<input type="checkbox"/>		
Paiement échelonné de la redevance (rendez-vous)		
Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt		
<input type="checkbox"/> Oui		
<input type="checkbox"/> Non		
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		
Uniquement pour les personnes physiques		
<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)		
<input type="checkbox"/> Obtenu antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG		
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS		
<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences		
Le support électronique de données est joint		
<input type="checkbox"/>		
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		
<input type="checkbox"/>		
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		
91253		
VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI		

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

1er dépôt

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354-01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE

SUITÉ

Page suite N° 3 / 3

Réserve à l'INPI

REMISE DES PIÈCES	15 NOV 2002
DATE	
LIEU	TK
N° D'ENREGISTREMENT	0214305
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 829 V/140301

Vos références pour ce dossier (facultatif)		239370 EMP
<input checked="" type="checkbox"/> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTIÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation Date _____ N° _____ Pays ou organisation Date _____ N° _____ Pays ou organisation Date _____ N° _____
<input checked="" type="checkbox"/> DEMANDEUR		IMERYS TABLEWARE FRANCE
Nom ou dénomination sociale		
Prénoms		
Forme juridique		SOCIETE ANONYME
N° SIREN		329679146
Code APE-NAF		
Adresse	Rue	Avenue du Président Kennedy, Z.I. Magré, 87000 LIMOGES
	Code postal et ville	_____
	Pays	FRANCE
Nationalité		Française
N° de téléphone (facultatif)		
N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)		
<input checked="" type="checkbox"/> DEMANDEUR		
Nom ou dénomination sociale		
Prénoms		
Forme juridique		
N° SIREN		_____
Code APE-NAF		_____
Adresse	Rue	
	Code postal et ville	_____
	Pays	
Nationalité		
N° de téléphone (facultatif)		
N° de télécopie (facultatif)		
Adresse électronique (facultatif)		
<input checked="" type="checkbox"/> SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		 91253
		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

L'invention concerne la fabrication d'articles en céramique.

Le coulage sous pression (CSP) d'une barbotine (suspension aqueuse des différentes matières minérales constituant la « formule » de la céramique) est une technique répandue dans les secteurs des céramiques traditionnelles que sont les arts de la table et la fabrication de produits sanitaires. La technique dérive du traditionnel coulage en moule plâtre qui est la méthode ancestrale utilisée pour produire des pièces de forme complexe. Ce mode de fabrication comporte néanmoins un certain nombre d'inconvénients que le coulage sous pression résout en partie :

- 10 - prise lente (formation des pièces),
- démoulage différé (nécessité d'attendre le raffermissement des pièces en moule avant démoulage),
- séchage nécessaire des moules après quelques utilisations,
- courte durée de vie des moules (moins de 150 cycles),
- 15 - encombrement important (stock de moules).

Le coulage sous pression consiste à mettre en forme des articles à partir d'une barbotine identique à celle utilisée dans le cas du coulage en moule en plâtre. Cette fois, le moule est en résine poreuse et la barbotine est injectée sous une pression pouvant aller de 8 à 40.10^5 Pa environ. Ce dépôt est réalisé par filtration sous pression au travers du moule de la majeure partie de l'eau ayant été utilisée pour mettre initialement en suspension les différents composants de la céramique. Ainsi la formation de la pièce est accélérée et dès que celle-ci est formée le moule peut être ouvert pour procéder au démoulage. Dès cette opération terminée, le moule peut être refermé pour un nouveau cycle de coulage. Le moule ne nécessite pas de séchage, sa durée de vie moyenne est de 20.000 cycles et il n'est pas nécessaire d'avoir plus d'un ou deux moules par type de pièce, ce qui réduit considérablement l'encombrement de l'atelier.

Les cycles de coulage sous pression dépendent en grande partie des caractéristiques rhéologiques de la barbotine. Ces caractéristiques peuvent être réglées par le biais d'additifs appelés défloculants dont l'action peut être purement électrostatique, purement stérique ou électro-stérique. Les 5 caractéristiques de la barbotine doivent permettre un cycle de coulage aussi rapide que possible tout en préservant un bon comportement mécanique de la pièce à l'issue du coulage. Cela signifie que la pièce fraîchement formée doit être suffisamment résistante pour subir les diverses manutentions nécessitées par le démoulage et la finition. Ces contraintes conduisent la 10 plupart du temps à régler les barbotines de façon identique pour le CSP et pour le coulage classique, alors que le CSP permettrait des rendements encore meilleurs si les barbotines étaient sous-défloculées. Malheureusement, l'emploi de telles barbotines, s'il permet une vitesse de formation des pièces plus rapide, conduit à un mauvais raffermissement de 15 la céramique dans le moule et à une déformation irrémédiable des pièces lors du démoulage.

Il faut préciser à ce stade que la structure et la vitesse de formation du dépôt lors du coulage sous pression sont les résultats de deux types de mécanismes suivant le degré de défloculation de la barbotine en 20 suspension.

Dans les suspensions défloculées, les forces de répulsion entre les particules minérales sont élevées et les particules peuvent se déplacer indépendamment les unes des autres. Elles vont donc pouvoir se déposer individuellement et se réarranger en un dépôt plus dense (forte densité 25 relative, faible porosité), incompressible et homogène. Mais, du fait du degré élevé de compacité du dépôt, les vitesses de coulage sont faibles.

Dans les suspensions floculées, les forces d'attractions sont fortes et les particules vont se déplacer et se déposer par agglomérats. Le dépôt ainsi formé sera moins dense (forte porosité), compressible (réarrangement

des particules sous l'action de la pression) et hétérogène. Par contre, les vitesses de coulage seront dans ce cas plus élevées du fait d'une porosité plus forte.

D'autre part, toutes les barbotines n'ont pas le même comportement au coulage. La nature minéralogique des constituants joue un rôle très important vis à vis des caractéristiques rhéologiques. Pour simplifier, les barbotines réalisées à partir de kaolins (telles les porcelaines ou les vitrés) « coulent bien » au sens du coulage classique, ce qui signifie que leur défloculation est facile et que les vitesses de prise obtenues sont élevées. En revanche, les barbotines à base d'argiles (telles les faïences ou les grès) ne coulent pas bien, ce qui signifie qu'elles sont difficiles à défloculer et que les vitesses de prise obtenues sont mauvaises. C'est la raison pour laquelle la grande majorité des produits réalisés dans le secteur des céramiques traditionnelles en coulage sous pression sont des porcelaines et des vitrés. Les producteurs de faïence et de grès ne peuvent généralement pas accéder à cette technologie du fait des piètres caractéristiques rhéologiques intrinsèques de leurs suspensions.

L'objectif de l'utilisateur est d'accélérer la vitesse de formation du dépôt afin d'augmenter la rentabilité de la machine. Or, cette accélération est limitée par la capacité du dépôt formé à éliminer l'eau résiduelle et ainsi permettre la préhension de l'article lors de l'ouverture du moule. Cela signifie que si l'on « règle » la barbotine de telle sorte que la vitesse de formation du dépôt soit la plus rapide possible, l'article ne pourra pas être démoulé sans subir de déformation car il se comporte comme un solide thixotrope.

Un but de l'invention est d'accélérer la fabrication par coulage sous pression sans menacer la résistance mécanique de la pièce à compter du démoulage. Un autre but de l'invention pourra être de permettre la

fabrication d'articles en céramiques traditionnelles par coulage sous pression.

A cet effet, on prévoit selon l'invention un procédé de fabrication d'un article en céramique, comprenant les étapes consistant à :

- 5 - couler une barbotine sous pression dans un moule pour former un dépôt ; et
- filtrer sur le dépôt une solution contenant un défloculant.

Ainsi, l'étape de filtrage permet de compacter le dépôt relativement peu dense formé à l'étape précédente. Ce post-traitement consiste à faire passer à travers le dépôt une solution contenant le défloculant. On peut supposer qu'au cours de ce processus de post-filtration, les molécules du défloculant vont pouvoir s'adsorber à la surface des particules et augmenter ainsi les forces de répulsion. Les particules vont alors pouvoir se « déplacer » et se réarranger en un dépôt plus dense avec l'aide de la pression (tenue mécanique plus élevée de la pièce crue). La pièce a alors des caractéristiques mécaniques convenables pour assurer son démoulage et sa finition.

Le procédé selon l'invention pourra en outre présenter au moins l'une quelconque des caractéristiques suivantes :

- 20 - la barbotine est flocculée,
- la barbotine comprend du kaolin,
- la barbotine comprend de l'argile,
- la barbotine comprend du quartz,
- le défloculant représente au maximum 3% en masse de l'article,
- 25 - le défloculant représente au maximum 5% en masse de la solution,
- le défloculant représente entre 0,20% et 3% en masse de la solution .

L'invention porte également sur un article en céramique fabriqué au moyen du procédé de l'invention.

Cet article pourra être en porcelaine, en vitréous, en faïence ou en grès.

L'invention porte également sur un produit intermédiaire en vue de la fabrication d'un article en céramique, ce produit étant obtenu en sortie de 5 moule à l'issue des étapes du procédé de l'invention.

On prévoit également selon l'invention un dispositif de fabrication d'un article en céramique, comprenant un moule, un premier réservoir apte à contenir une barbotine, un deuxième réservoir apte à contenir une solution et des moyens pour injecter sous pression dans le moule 10 alternativement la barbotine du premier réservoir et la solution du deuxième réservoir.

De préférence, il comprend des moyens pour purger les moyens d'injection en préalable à chaque injection de la barbotine dans le moule.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au 15 cours de la description suivante présentant notamment un mode préféré de réalisation à titre d'exemple non limitatif. Aux dessins annexés :

- la figure 1 est une vue schématique d'un mode de réalisation du dispositif de l'invention,
- les figures 2 et 3 sont deux vues schématiques de la structure de l'article 20 à l'échelle microscopique à l'issue respectivement de la première étape et de la deuxième étape du procédé de l'invention,
- la figure 4 présente des courbes illustrant pour différentes compositions de la solution de filtrage l'évolution de la masse du filtrat en fonction du temps,
- 25 - la figure 5 est une courbe illustrant la résistance spécifique du produit intermédiaire en fonction de sa concentration en défloculant,
- la figure 6 est une vue en coupe de l'article obtenu au moyen de l'invention, et
- la figure 7 est une vue en coupe plus précise du moule de la figure 1.

Le dispositif 2 de fabrication du présent mode de réalisation de l'invention est illustré schématiquement à la figure 1.

Il comprend deux réservoirs 4 et 6. Le réservoir 4 est apte à recevoir une barbotine 8 tandis que le réservoir 6 est apte à recevoir une solution de filtration 10 contenant un défloculant.

Le dispositif comprend un moule 12 de coulage sous pression d'un type classique qui pourra avoir un plan de joint horizontal ou vertical. Il comprend également des moyens 14 aptes à injecter sous pression dans le moule 12 à tour de rôle la barbotine 8 et la solution 10. Ces moyens 10 pourront être formés par deux injecteurs indépendants affectés respectivement à l'injection de la barbotine 8 et de la solution 10, suivant deux circuits séparés en amont.

Le dispositif comprend des moyens 16 de purge ou de nettoyage du circuit aval reliant les moyens d'injection de la solution au moule 12.

On a illustré plus précisément à la figure 7 le moule 12 de la figure 1. Le moule 12 comprend deux parties d'extrémité haute 13 et basse 15. Chacune des parties haute et basse présente une chambre interne dans laquelle débouche un conduit d'aménée provenant de l'extérieur du moule et formant les moyens d'injection 14. La partie haute 13 présente une cavité 33 et la partie basse présente une avancée 25 apte à pénétrer dans la cavité 33 lorsque les deux parties de moule sont assemblées suivant un assemblage mâle-femelle. Dans cette position illustrée à la figure 7, l'avancée 25 occupe seulement une partie de la cavité 33 de sorte que le reste de la cavité 33 forme l'enceinte de moulage pour la formation de la 20 pièce 30 à mouler.

Les portions des parties haute et basse contiguës à l'enceinte sont réalisées en matériaux poreux. Plusieurs conduits 29 sont ménagés dans chacune des parties haute et basse. Les conduits 29 sont rectilignes, parallèles entre eux et séparés les uns des autres par des intervalles

identiques. Ils s'étendent suivant la direction 37 suivant laquelle les deux parties haute et basse sont mobiles l'une par rapport à l'autre pour permettre d'extraire du moule la pièce formée. Dans les deux parties haute et basse, les conduits 29 s'étendent au droit de la cavité 33, sans toutefois atteindre celle-ci de sorte qu'ils sont borgnes. Les conduits de la partie basse 15 pénètrent dans l'avancée 25. Dans chacune des parties haute et basse, les conduits 29 relient le conduit d'aménée principal au cœur du matériau poreux. Le moule 12 comprend en outre un conduit latéral 39 s'étendant dans l'une des deux parties haute et basse, par exemple la partie haute 13, depuis l'extérieur de celle-ci en débouchant directement dans la chambre 33.

Dans le présent mode de mise en œuvre de l'invention, on injecte la barbotine 8 sous pression dans le moule 12 pour former un dépôt 20, puis on injecte dans le moule la solution 10.

Dans la première étape, le coulage est effectué sous une pression de 20.10^5 Pa. La barbotine 8 comprend une poudre en suspension dans une solution acqueuse. La poudre est constituée ici de 50% de kaolin et de 50% de quartz. Elle présente un diamètre de grains médian tel que $d_G^{50} = 7\mu\text{m}$ et une aire spécifique BET telle que $a_{\text{BET}} = 6,9 \text{ m}^2/\text{g}$. La phase solide représente en masse 70% de la barbotine. La barbotine a une densité de 1,77. La solution acqueuse comprend en très petite quantité le défloculant commercialisé par la firme Zschimmer et Schwartz sous l'appellation PC 67, de sorte que la suspension est considérée comme sous-défloculée. En l'espèce, le flocculant représente en masse 0,06% de la barbotine.

On injecte la barbotine en l'espèce par le conduit latéral 39, l'eau s'évacuant à travers le matériau poreux puis les conduits 29.

L'injection de cette barbotine permet d'obtenir un dépôt 20 relativement peu dense après évacuation d'une partie de l'eau à travers la paroi du moule.

Dans la deuxième étape, l'injection a également lieu sous pression de 20.10^5 Pa. La solution 10 est une solution aqueuse de défloculant PC 67 représentant en masse entre 0,10 et 4,70% de la solution (par exemple jusqu'à 1% en masse de l'article final 30). On injecte la solution 10 ici à 5 partir du canal latéral 39. Au cours de cette deuxième étape, la solution traverse le dépôt 20 et l'eau s'échappe à travers la paroi du moule puis les conduits verticaux 29.

A l'issue d'une période adaptée, on ouvre le moule et on injecte de l'eau et de l'air comprimé pour décoller la pièce réalisée par rapport aux 10 deux parties de moule. Cette injection a lieu via les conduits 29. Le produit intermédiaire 20 en est ôté en vue de sa finition d'une façon connue en soi (cuisson, etc) pour obtenir l'article 30 de la figure 6.

Différentes concentrations massiques (masse de défloculant/masse totale de la solution 10) ont été testées, comprises entre 0 et 4,70% (soit 0 15 à 1% par rapport à la masse de solide). Pour chaque essai, la cinétique de filtration a été caractérisée (mesure de la masse de filtrat recueilli au cours du temps, calcul de la résistance spécifique c'est-à-dire de la résistance au passage de l'eau) ainsi que la structure du dépôt obtenu (porosité, diamètre des pores, résistance mécanique).

20 La figure 4 présente la cinétique de filtration des solutions 10 de défloculant dont la concentration varie de 0 à 4,70% à travers le dépôt 20. Deux comportements peuvent être observés.

En absence de défloculant, le filtrat passe à travers le dépôt très rapidement. Il n'y a pas de temps mort avant le début de l'écoulement du 25 filtrat.

En présence de défloculant, l'écoulement du filtrat à travers tout le dépôt n'est effectif qu'au bout de 114, 169, 222 et 128 s pour des concentrations en défloculant en masse de 0,10, 0,45, 0,65 et 4,70%

respectivement. Ce temps mort augmente donc avec la concentration en défloculant sauf pour la concentration la plus élevée.

On a également étudié la variation de la vitesse d'écoulement du filtrat au cours de la filtration des solutions de défloculant dont la 5 concentration varie de 0 à 4,70% à travers le dépôt. Pour des temps supérieurs au temps mort, le débit d'écoulement du filtrat est indépendant du temps mais varie légèrement avec la concentration en défloculant.

La figure 5 présente la résistance spécifique des dépôts après et avant traitement. Il apparaît clairement que la résistance des dépôts après 10 traitement (courbe en trait continu) est 2 fois supérieure à celle obtenue par simple coulage (courbe en trait pointillé). Ce résultat met en évidence que la structure poreuse du dépôt a été modifiée (réarrangement des particules en une structure plus dense).

Des tests de résistance mécanique en flexion ont été également 15 réalisés sur les dépôts après traitement et séchage. Les résultats sont présentés dans le tableau ci-dessous. C_D indique la concentration en défloculant en pourcentage en masse dans la solution et σ est la contrainte à la rupture de flexion 3 points, en MPa.

Echantillon	1	2	3
C_D (%m)	0	0,65	4,70
σ (Mpa)	0,6	0,7	1,3

20

Il apparaît que le dépôt obtenu après filtration d'une solution contenant 4,70% de défloculant a une résistance mécanique 2 fois supérieure à celle obtenue pour les autres dépôts. Cette variation importante de résistance mécanique montre que la structure du dépôt a été 25 modifiée.

Les essais de post-filtration mettent en évidence les points suivants :

L'écoulement de la solution 10 contenant le défloculant n'est effectif qu'au bout de 100 à 200 s contrairement à l'eau pour laquelle l'écoulement se fait sans temps mort. Ce résultat montre qu'en présence de défloculant, le passage de la solution entraîne des modifications de la structure poreuse 5 avant qu'elle puisse s'écouler à travers toute l'épaisseur du dépôt. Avec l'eau seule, l'écoulement à travers l'épaisseur du dépôt ne provoque pas de modification de la structure puisque son écoulement se fait sans temps mort.

Après traitement, la résistance spécifique du dépôt est augmentée 10 ainsi que sa résistance mécanique. Cette augmentation montre que l'écoulement d'une solution de défloculant à travers un dépôt peu dense permet le réarrangement des particules en une structure plus compacte (plus résistante mécaniquement et plus homogène).

Cette méthode de post-filtration permet donc d'obtenir un dépôt plus 15 dense grâce au réarrangement des particules au cours de ce processus.

Le mécanisme de compaction du dépôt est peut-être le suivant. La figure 2 illustre le dépôt 20 après coulage de la suspension floquée 8. Les grosses particules de quartz 22 dont le point de charge nul se trouve vers un pH de 2 sont chargées négativement dans la suspension où le pH est 20 vers 7-8. Ces particules vont donc se repousser par répulsion électrostatique. Par contre, les petites particules de kaolin 24 ont un point de charge nul vers 8-9. Ces particules non chargées dans la suspension vont donc s'agglomérer entre elles et autour des particules de quartz 22 du fait des forces d'attraction de Van der Walls et électrostatiques 25 respectivement. Le dépôt obtenu à partir du coulage de cette suspension va donc être formé de blocs de particules de quartz entourées de kaolin avec une large porosité permettant un écoulement rapide de la phase liquide.

La figure 3 illustre le dépôt après injection de la solution 10. Le défloculant contenu dans la solution va pouvoir s'absorber sur les particules

de kaolin 24 et les charger négativement. Le défloculant est chargé négativement (groupement COO^- dans le cas d'un polyacrylate). Ces particules vont alors pouvoir se repousser par les forces de répulsion (électro-stériques) et donc se réarranger individuellement en un dépôt plus dense (porosité plus faible et résistance mécanique plus élevée).

Sur ces deux figures, les flèches 26 représentent l'écoulement du filtrat.

Le coulage sous pression d'une barbotine, de préférence, flokulée, suivi d'un post-traitement visant à réorganiser le dépôt de particules afin de le rendre apte à subir le reste du procédé de fabrication ouvre certaines perspectives en matière de CSP.

En effet, il améliore le rendement de fabrication des produits réalisés avec des barbotines "qui coulent bien" (porcelaines, vitréous). On peut ainsi diminuer de façon sensible la durée du cycle de coulage en injectant une barbotine flokulée puis en procédant à la défloction in situ par post-traitement.

Une seconde application de l'invention consiste à appliquer le principe aux barbotines "qui ne coulent pas bien" telles que les faïences et les grès ou toute autre barbotine contenant une forte proportion d'argile. Le procédé décrit ici permet en effet la mise en œuvre de telles barbotines en CSP alors que ce n'était pas le cas précédemment dans la conception du procédé et des machines.

L'application de l'invention aux machines antérieures de coulage sous pression est relativement simple :

Le système 14 de pompage et de distribution sous pression devra de préférence être capable de véhiculer des suspensions de viscosité supérieure aux viscosités couramment utilisées dans l'art antérieur,

La purge du système véhiculant la solution de défloculant devra être complète avant la nouvelle injection de barbotine afin de ne pas

produire une défloculation involontaire de cette dernière. Ainsi, après injection de la solution 10 en post-traitement, on active les moyens de purge 16 pour nettoyer la portion de circuit devant être empruntée par la solution 8 durant le cycle suivant.

- 5 Bien entendu, on pourra apporter à l'invention de nombreuses modifications sans sortir du cadre de celle-ci.

L'invention est applicable à tout type de céramique. Elle sera ainsi applicable aux céramiques traditionnelles argileuses utilisées pour les arts de la table ou les sanitaires. Elle sera également applicable aux céramiques
10 techniques (telles que celles à base de nitride de silicium ou de carbure de silicium) par exemple pour la fabrication de supports de composants électroniques ou de matériaux réfractaires.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un article (30) en céramique, caractérisé en ce
5 qu'il comprend les étapes consistant à :
 - couler une barbotine (8) sous pression dans un moule (12) pour former un dépôt (20); et
 - filtrer sur le dépôt (20) une solution (10) contenant un défloculant.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la barbotine (10) est floculée.
- 15 3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que la barbotine (10) comprend du kaolin.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la barbotine comprend de l'argile.
- 20 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que la barbotine (10) comprend du quartz.
- 25 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le défloculant représente au maximum 3% en masse de l'article (30).
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le défloculant représente au maximum 5% en masse de la solution (10).

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le défloculant représente entre 0,20% et 3% en masse de la solution (10).
- 5 9. Article (30) en céramique, caractérisé en ce qu'il a été fabriqué au moyen du procédé selon l'une des revendications 1 à 8.
10. Article (30) selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il est formé dans une céramique choisie dans le groupe suivant : la porcelaine, le vitréous, la faïence et le grès.
11. Produit intermédiaire (20) en vue de la fabrication d'un article (30) en céramique, caractérisé en ce que le produit est obtenu en sortie de moule à l'issue des étapes énoncées à la revendication 1.
- 15 12. Dispositif de fabrication d'un article (30) en céramique, comprenant un moule (12) et un premier réservoir (4) apte à contenir une barbotine (8), caractérisé en ce qu'il comprend un deuxième réservoir (6) apte à contenir une solution (10) et des moyens (14) pour injecter sous pression dans le moule (12) alternativement la barbotine du premier réservoir et la solution du deuxième réservoir.
- 20 25 13. Dispositif selon la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (16) pour purger les moyens d'injection (14) en préalable à chaque injection de la barbotine dans le moule.

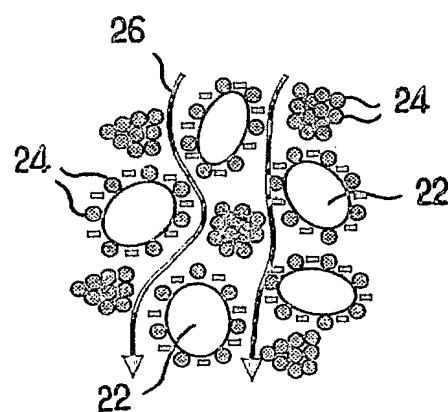
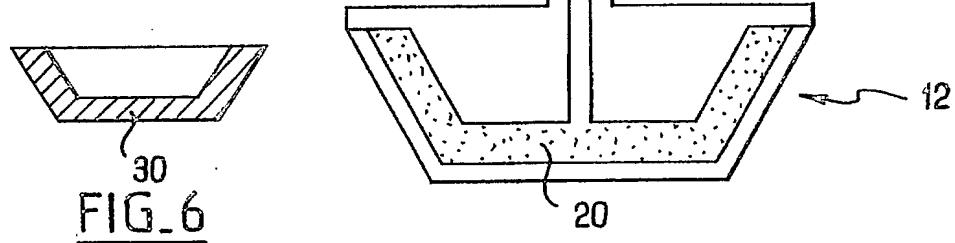
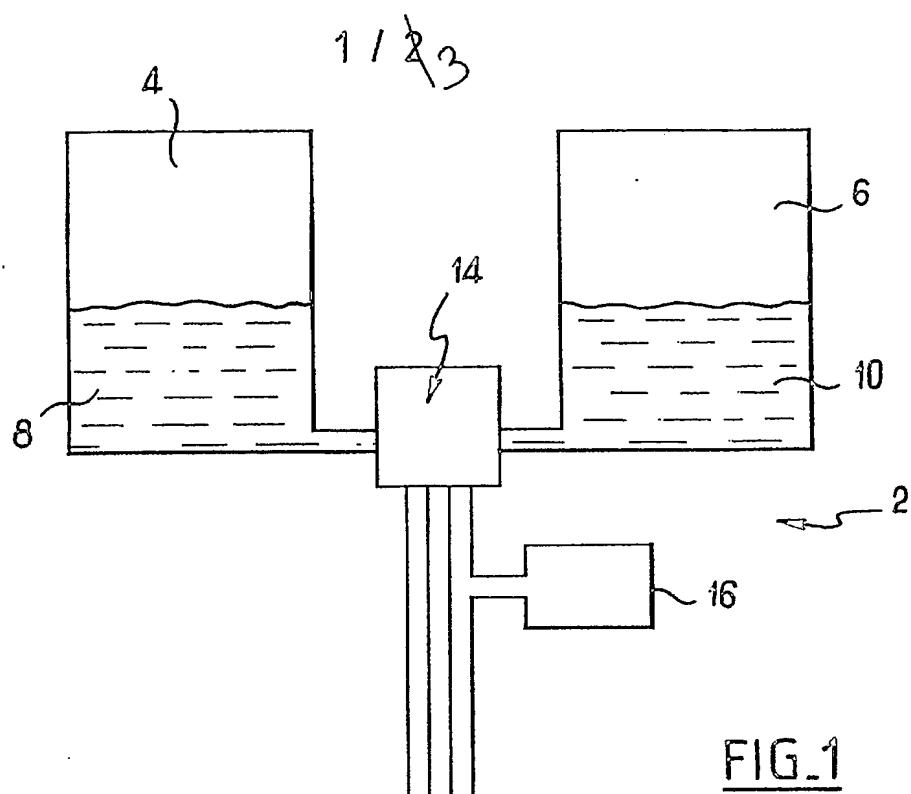


FIG. 2

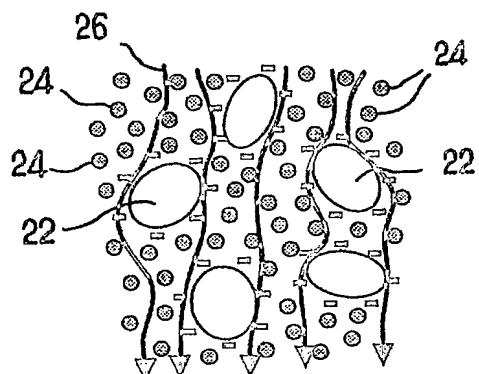


FIG. 3

DUPPLICATA

1 / 3

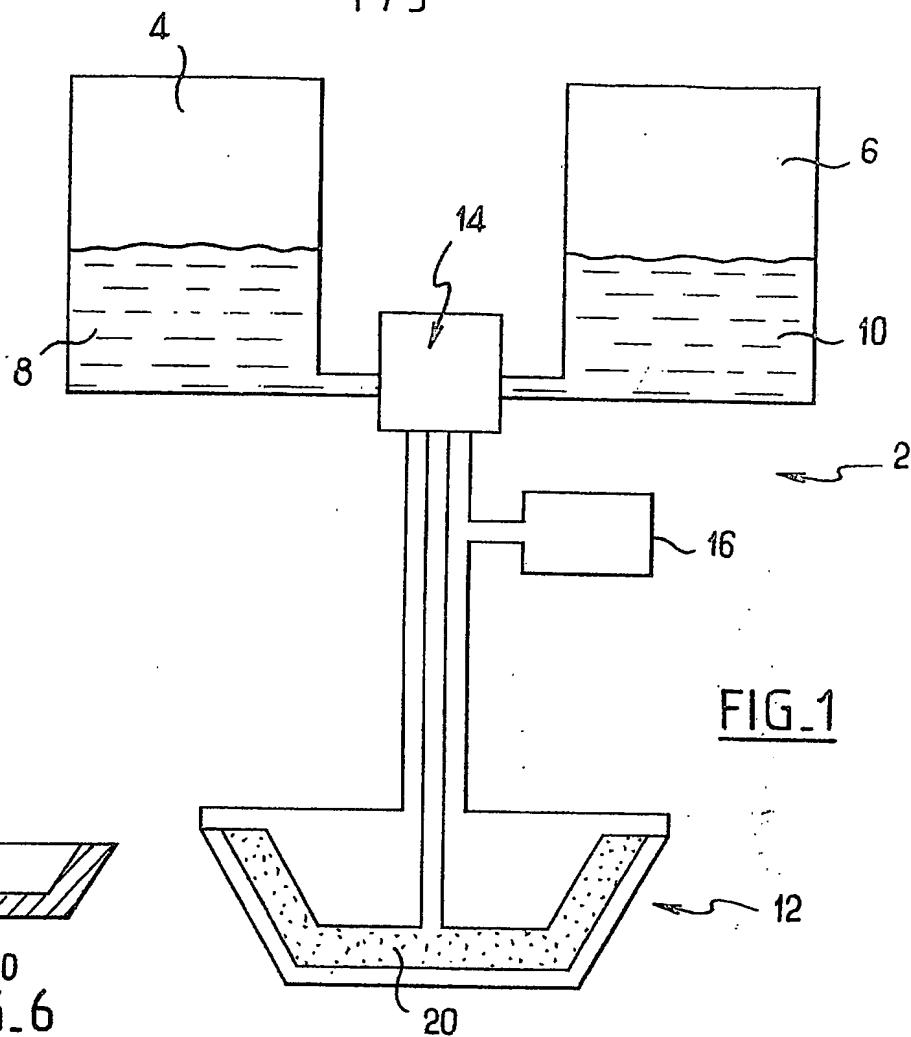


FIG. 1

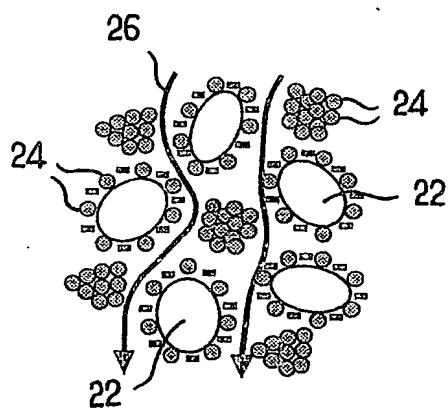


FIG. 2

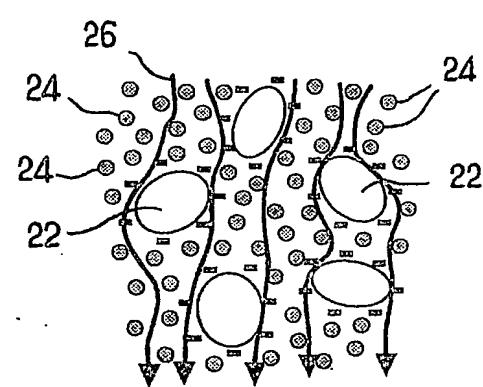
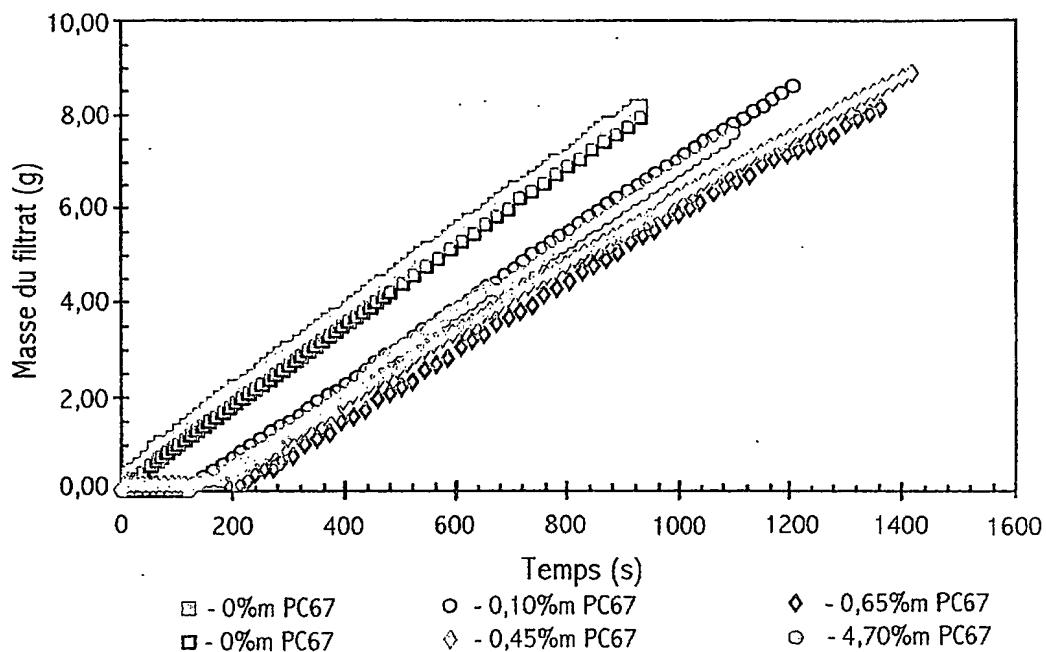
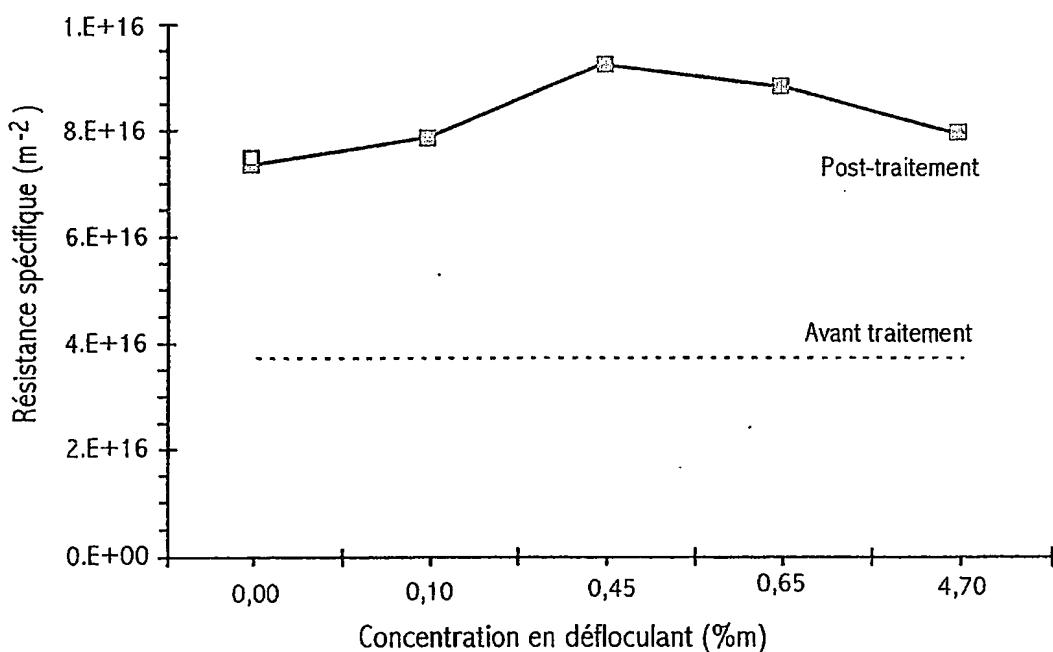


FIG. 3

2 / 23

FIG. 4FIG. 5 : Variation de la résistance spécifique avant et après traitement

DUPLICATA

2 / 3

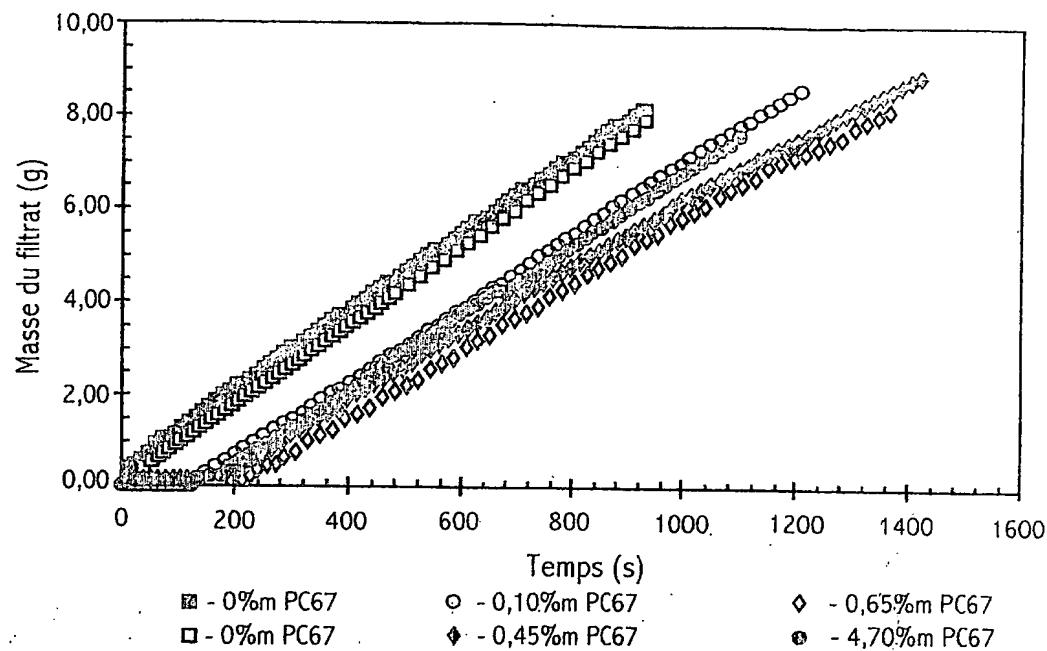


FIG.4

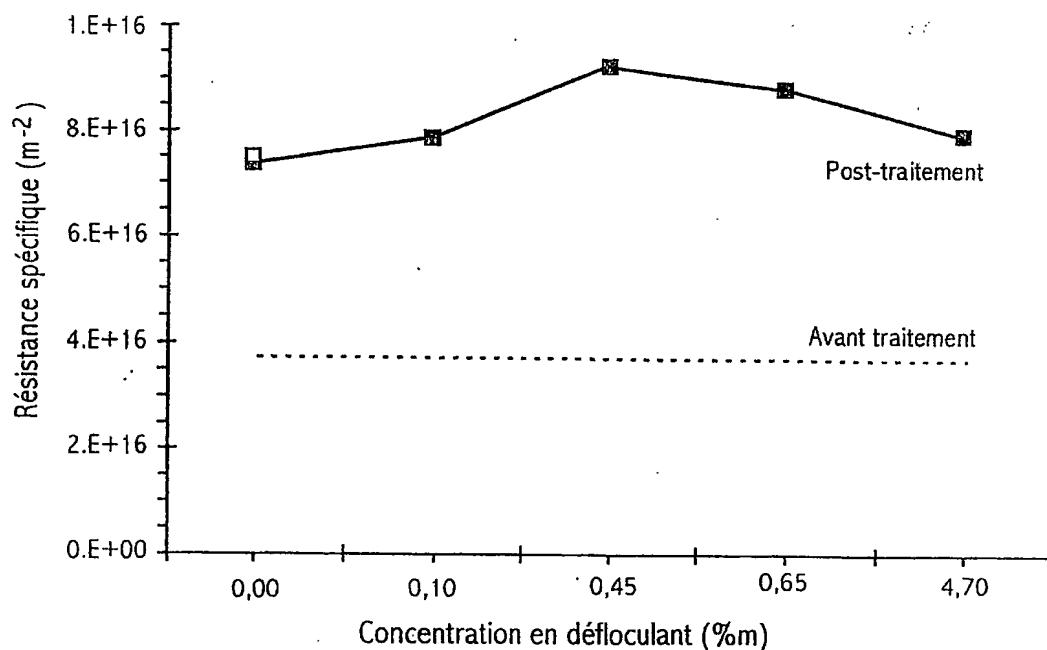


FIG.5 : Variation de la résistance spécifique avant et après traitement

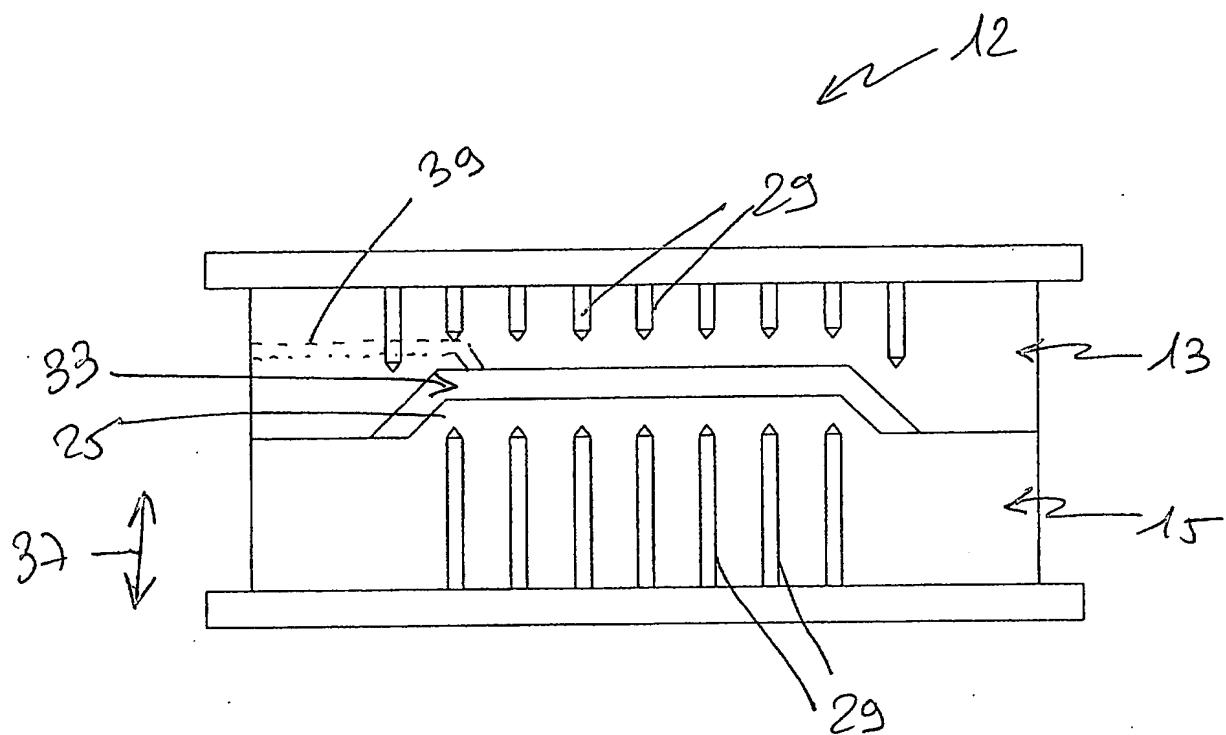


Fig 7

DUPPLICATA

3 / 3

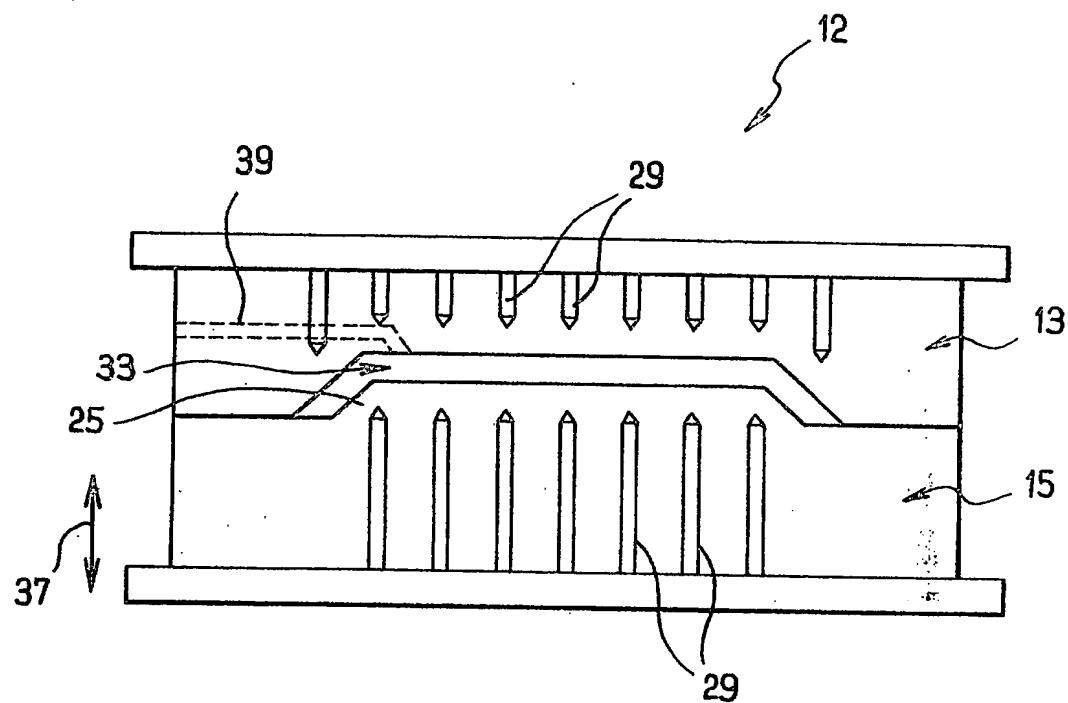


FIG. 7



reçue le 04/12/02

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235*02

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° ..1 / .1.
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

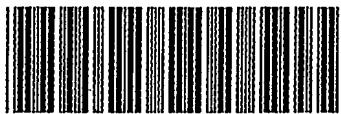
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 11 / 260399

Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i>	239370 D19730 EMP
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	08/11/2002
TITRE DE L'INVENTION (260 caractères ou espaces maximum)	
PROCEDE DE FABRICATION D'UN ARTICLE EN CERAMIQUE PAR COULAGE SOUS PRESSION.	
LE(S) DEMANDEUR(S) :	
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) : 3, rue Michel Ange, 75016 PARIS - FRANCE - IMERYS TABLEWARE FRANCE Avenue du Président Kennedy, Z.I. Magré, 87000 LIMOGES FRANCE	
DESIGNE(RT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» Si il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).	
Nom : CHARTIER Thierry Prénoms : Adresse : Rue 7, rue de la Colline Code postal et ville : 87220 FEYTIAT FRANCE	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i> Nom : COMTE-GAUTRON Marie-Pierre Prénoms : Adresse : Rue 1, rue des bouleaux Code postal et ville : 60300 SENLIS FRANCE	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i> Nom : GASCONIER Gilles Prénoms : Adresse : Rue Le Grand Bois - Thias Code postal et ville : 87170 ISLE FRANCE	
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i> DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)	
 <i>15.12.2002</i> <i>921253</i>	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
 Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

PCT Application
FR0303379



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
 - LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.